

(19) Japanese Patent Office (JP)

**(12) LAID-OPEN PATENT  
PUBLICATION (A)****(11) Kokai Patent Application  
No. HEI 6[1994]-219903**

(43) Publication Date: August 9, 1994

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

Identification Code

JPO File No.

FI

Technical disclosure  
sectionA 0 1 N  
25/14  
25/309159-4H  
9159-4H

Examination Request: Not requested

No. of Claims: 5; OL (Total of 9 pages)

(21) Application No.: Hei 5[1993]-9490

(22) Application Date: January 22, 1993

(71) Applicant(s): 000003986  
Nissan Chemical Industries, Ltd.  
3-7-1 Kandamishiki-cho, Chiyoda-ku,  
Tokyo(72) Inventor(s): Norihiro Suwa  
Central Research Lab., Nissan  
Chemical Industries, Ltd.  
722-1 Tsuboi-cho, Funabashi-shi,  
Chiba-kenToshiyuki Koko  
Central Research Lab., Nissan  
Chemical Industries, Ltd.  
722-1 Tsuboi-cho, Funabashi-shi,  
Chiba-kenKasai Yutaka  
Central Research Lab., Nissan  
Chemical Industries, Ltd.  
722-1 Tsuboi-cho, Funabashi-shi,  
Chiba-ken

(74) Agent:

(54) Granulated water dispersible powder composition for use in agriculture

**(57) Abstract  
Constitution**A granulated water dispersible powder composition  
for use in agriculture characterized in that it contains the  
following ingredients (1), (2) and (3):(1) one or two or more types of agrochemical active  
ingredients,(2) water soluble inorganic acid salt or water soluble organic  
acid salt or their mixture,(3) alkyl naphthalene sulfonate or polyoxyethylene alkyl  
phenyl ether sulfate salt or their mixture.**Effects**The agrochemical composition of the present  
invention can realize excellent disintegration property and  
dispersibility in water irrelevant to the type of the agrochemical  
active ingredient, no degradation in the disintegration property  
and dispersibility in water when spraying over the shelf time,  
and excellent disintegration property and dispersibility in water  
at this time irrelevant to the content of the agrochemical active  
ingredient.

## CLAIMS

1. A granulated water dispersible powder composition for use in agriculture characterized in that it contains the following ingredients (1), (2) and (3):

- (1) one or two or more types of agrochemical active ingredients,
- (2) water soluble inorganic acid salt or water soluble organic acid salt or their mixture,
- (3) alkyl naphthalene sulfonate or polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfate salt or their mixture.

2. The granulated water dispersible powder composition for use in agriculture as cited in Claim 1, characterized in that the water soluble inorganic acid salt refers to the alkali metal salt or ammonium salt of carbonic acid, hydrochloric acid, nitric acid, or sulfuric acid.

3. The granulated water dispersible powder composition for use in agriculture as cited in Claim 1, characterized in that the water soluble organic acid salt refers to alkali metal salt of aromatic carboxylic acid.

4. The granulated water dispersible powder composition for use in agriculture as cited in Claim 1, characterized in that the content of the water soluble inorganic acid salt or water soluble organic acid salt or their mixture is in the range of 3-30 wt%.

5. The granulated water dispersible powder composition for use in agriculture as cited in Claim 4, characterized in that the content of the alkyl naphthalene sulfonate salt or polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfate salt or their mixture is in the range of 0.5-10 wt%.

## DETAILED EXPLANATION OF THE INVENTION

[0001]

### Application field in industry

The present invention pertains to a granulated water dispersible powder composition for use in agriculture with excellent disintegration property and dispersibility in water when sprayed.

[0002]

### Prior art

The aforementioned granulated water dispersible powder composition for use in agriculture is a formulation usually diluted in water for spraying. Among the conventional agrochemical formulations, as the other formulations that are diluted with water for spraying, there are emulsions, water dispersible powders, flowable formulations, etc. For the emulsions, because organic solvents are used as the carrier, there are problems of toxicity, irritation, ignition, offensive

odor, etc. On the other hand, for the water dispersible powder, because it is a formulation of fine powder, measuring is inconvenient, and flying of powder in the operation for preparing the liquid for spraying becomes a problem. For the flowable formulation, as it is a formulation in suspension state, it is possible to get rid of the problem of inconvenience of measuring and flying of powder of the water dispersible powder. However, because it is a thick liquid formulation, it is difficult to take it out from the vessel, and a small quantity of the formulation is left in the vessel, so that discarding of the vessel becomes a problem.

[0003]

In recent years, efforts have been made to develop a scheme to granulate the water dispersible powder free of the aforementioned disadvantages of the conventional formulations. When the water dispersible powder is granulated, it is possible to alleviate the problem of flying of powder and the difficulty in measuring. Also, there is no problem of difficult handling caused by the high viscosity of the flowable formulation. When the aforementioned granulated water dispersible powder (said granulated water dispersible powder composition for use in agriculture, to be referred to as granulated water dispersible powder) is diluted with water to form a spraying liquid, it is important to ensure that the granules quickly disintegrate to fine grains with the minimum level of agitation, and the obtained fine grains are scattered in a stable way. The reason is as follows: if the disintegration property is poor, the granules that are not disintegrated would clog the nozzle of the spraying equipment, and, if the dispersibility is poor, the grains would aggregate and precipitate so that the active ingredient in the spraying liquid becomes uneven, and a stable agrochemical effect cannot be realized.

[0004]

Various schemes have been proposed as the technology for manufacturing the granulated water dispersible powder. Examples of the methods include the following methods: a method in which starch and water soluble inorganic acid salt are added (Japanese Kokoku Patent Application No. Sho 53[1978]-12577), a method in which a sulfate-based anionic surfactant and nonionic surfactant are added (Japanese Kokoku Patent Application No. Sho 62[1987]-53482), a method in which saccharines, naphthalene sulfonic acid base surfactant and alkali metal salt of phosphoric acid are added (Japanese Kokoku Patent Application No. Sho 63[1988]-38004), a method in which a polycarbonate base surfactant with molecular weight of 5,000-20,000 is added (Japanese Kokai Patent Application No. Sho 62[1987]-36302), a method in which one or two or more types of polymer of unsaturated carboxylic acids, formalin condensate salt of styrene sulfonate, or alkali metal salt of phosphoric acid are used (Japanese Kokai Patent Application No. Sho 61[1986]-236701, Japanese Kokai Patent Application No. Sho 62[1987]-212303), etc.

[0005]

**Problems to be solved by the invention**

However, for the granulated water dispersible powders provided with the aforementioned prior art, there are some problems. That is, excellent disintegration property and dispersibility in water may not be realized depending on the type of the agrochemical active ingredient. Over the shelf time, disintegration property and dispersibility in water when spraying degrade, so that it may not be appropriate for practical application. In addition, as the content of agrochemical active ingredient becomes higher, disintegration property and dispersibility in water degrade. This is undesirable.

[0006]

#### **Means for solving the problems**

In order to solve the aforementioned problem, the present inventors have performed extensive researches. As a result of such research work, a method with the following effects was found and the present invention was reached: the agrochemical composition of the present invention can realize excellent disintegration property and dispersibility in water irrelevant to the type of the agrochemical active ingredient, no degradation in the disintegration property and dispersibility in water when spraying over the shelf time, and excellent disintegration property and dispersibility in water at this time irrelevant to the content of the agrochemical active ingredient.

[0007]

The present invention provides a granulated water dispersible powder composition for use in agriculture characterized in that it contains the following ingredients (1), (2) and (3):

- (1) one or two or more types of agrochemical active ingredients,
- (2) water soluble inorganic acid salt or water soluble organic acid salt or their mixture,
- (3) alkyl naphthalene sulfonate or polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfate salt or their mixture.

[0008]

Examples of the water soluble inorganic acid salt as ingredient (2) for use in the present invention include alkali metal salts and ammonium salts of carbonic acid, hydrochloric acid, nitric acid and sulfuric acid. More specifically, examples include sodium carbonate, sodium hydrogen carbonate, ammonium sulfate, anhydrous sodium sulfate, potassium chloride, ammonium nitrate, etc. Examples of the water soluble organic acid salt as ingredient (2) for use in the present invention include alkali metal salts of aromatic carboxylate, such as sodium benzoate, potassium benzoate, etc.

[0009]

The content of ingredient (2) with respect to the granulated water dispersible powder of the present invention should be in the range of 3-30 wt%, or preferably in the range of 5-20 wt%. If the quantity is less than 3 wt%, the disintegration property and dispersibility in water are insufficient. On the other hand, if the quantity is over 30 wt%, the disintegration property and dispersibility in water also are poor.

[0010]

The alkyl naphthalene sulfonate salts or polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfate salts for use as ingredient (3) in the present invention are preferably alkali metal salts, aluminum salts and amine salts. Examples of the alkyl naphthalene sulfonate salts include SUPRAGIL WP manufactured by Rhone-Poulenc Industries Corp., Aerosol AS manufactured by American Cyanamid Co., NEWCARGEN BX-C manufactured by Takemoto Yushi K.K., PELLEX NB-L manufactured by Kao Corporation, etc. Examples of the polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfate salts include NEWCARGEN NX-300 manufactured by Takemoto Yushi K.K., EMARU NC-35 manufactured by Kao Corporation, SORPOL 5039 manufactured by Toho Chemical Industry, Co., Ltd., NIKKOL SNP-4T manufactured by Nikko Chemical Co., Ltd., Newcol 560SF manufactured by Nippon Nyukasai K.K., etc.

[0011]

The content of ingredient (3) with respect to the granulated water dispersible powder of the present invention should be in the range of 0.5-10 wt%, or preferably in the range of 1-5 wt%. If the quantity added is less than 0.5 wt%, over the shelf time, the disintegration property and dispersibility in water when sprayed degrade, and, if the quantity added is over 10 wt%, the disintegration property and dispersibility in water are also poor.

[0012]

As needed, the granulated water dispersible powder of the present invention may also contain other surfactants. Examples of the other surfactants include wetting agents, dispersing agents, etc. for preparing agrochemical formulations. Examples of the anionic surfactants include anionic surfactants of polycarboxylate salts, sulfate salts, and sulfonate salts. Particular examples include the following types: various types of polycarboxylate salts, formalin condensates of naphthalene sulfonate salts, formalin condensates of alkyl naphthalene sulfonate salts, lignin sulfonate salts, alkyl benzene sulfonate salts, dioctyl sulfo-succinate salts, lauryl sulfate salts, polyoxyethylene alkyl ethyl sulfate salts, polyoxyethylene styryl phenyl ether sulfate salts, etc. The types of the salts include alkali metal salts, ammonium salts and amine salts. Examples of the nonionic surfactants include polyoxyethylene alkyl ether, polyoxyethylene alkyl phenyl ether, polyoxyethylene styryl phenyl ether, polyoxyethylene alkyl ester, polyoxyethylene sorbitan alkyl ester, etc. These surfactants may be used either alone or as a mixture of two or more types. Their selection and proportions are determined to match the properties of the agrochemical active ingredients.

[0013]

Examples of the agrochemical active ingredients as ingredient (1) for use in the present invention include herbicides, insecticides, miticides, and bactericides. The following are typical examples that are not inclusive.

## Herbicides

(1) ethyl 5-(4,6-dimethoxy pyrimidine-2-yl carbamoyl sulfamoyl)-1-methyl pyrazol-4-carboxylate (generic name: pyrazosulfuron ethyl), (2) methyl 5-[[[4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl]amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-3-chloro-1-methyl-1-H-pyrazol-4-carboxylate, (3) methyl  $\alpha$ -(4,6-dimethoxy pyrimidine-2-yl carbamoyl sulfamoyl)-O-toluate (generic name: bensulfuron methyl), (4) 1-(4,6-dimethoxy-1,3,5-triazine-2-yl)-3-[2-(2-methoxy ethoxy) phenyl sulfonyl] urea (generic name: cinosulfuron), (5) N-(2-chloroimidazo[1,2-a] pyridine-3-yl sulfonyl)-N'-(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl) urea (generic name: imazosulfuron), (6) ethyl=(RS)-2-[4-(6-chloroquinoxaline-2-yl oxy) phenoxy] propionate (generic name: quizalofop), (7) 2-chloro-2',6'-diethyl-N-(2-propoxy ethyl) acetanilide (generic name: pretilachlor), (8) ammonium=DL-homo-alanine-4-yl (methyl) phosphonate (generic name: glufosinate), (9) 5-tertiary butyl-3-(2,4-dichloro-5-isopropoxy phenyl)-1,3,4-oxadiazoline-2-one (generic name: oxadiazone), (10) methyl-N-(3,4-dichlorophenyl) carbamate (generic name: MCC),

### [0014]

(11) 3-isopropyl-2,1,3-benzo-thiadiazinone-(4)-2,2-dioxide (generic name: bentazone), (12) 2,4-dichlorophenoxy acetic acid (generic name: 2,4-D), (13) 2-methyl-4-chlorophenoxy acetic acid (generic name: MCP), (14) 2-methyl thio-4,6-bis(isopropylamino)-s-triazine (generic name: prometryn), (15) 2-methyl thio-4-ethylamino-6-isopropylamino-s-triazine (generic name: ametryn), (16) 2-chloro-4,6-bis(ethylamino)-s-triazine (generic name: simazine), (17) 2-chloro-4-ethylamino-6-isopropylamino-s-triazine (generic name: atrazine), (18) 2-benzothiazole-2-yl oxy-N-methyl acetanilide (generic name: mefenacet), (19) 2-methyl thio-4-ethylamino-6-(1,2-dimethyl propylamino)-s-triazine (generic name: dimethametryn), (20) 5-dipropylamino- $\alpha,\alpha,\alpha$ -trifluoro-4,6-dinitro-o-toluidine (generic name: prodiamine),

### [0015]

(21)  $\alpha,\alpha,\alpha$ -trifluoro-2,6-dinitro-N,N-dipropyl-para-toluidine (generic name: trifluralin), (22) 2,4-dichlorophenyl-3'-methoxy-4'-nitrophenyl ether (generic name: chlormetoxinyl), (23) 5-(2,4-dichlorophenoxy)-2-nitro benzoic acid methyl (generic name: bifenox).

### [0016]

## Insecticides

(1) 2-tertiary butyl-5-(4-tertiary-butyl benzyl thio)-4-chloropyridazine-3(2H)-one (generic name: pyridaben), (2) 1-naphthyl-N-methyl carbamate (generic name: NAC), (3) 3,7,9,14-tetramethyl-5,11-dioxo-2,8,14-trithia-4,7,9,12-tetra-azopentadeca-3,12-diene-6,10-dione (generic name: thiodicarb), (4) 3-methyl-1,5-bis(2,4-xylyl)-1,3,5-triazapenta-1,4-diene (generic name: amitraz), (5) 3,6-bis(2-chlorophenyl)-1,2,4,5-tetrazine (generic name: clofentezine), (6) hexa-kis( $\beta,\beta$ -dimethyl phenethyl) di-stane noxane (generic name: phenbuta tin oxide [transliteration]), (7) 4,4'-dibromo isopropyl benzylate (generic name: phenisobromolate), (8) 1-(6-chloro-3-pyridyl methyl)-N-

nitro(imidazolidine-2-ylidene) amine (generic name: imidacloprid), (9) 2-(4-ethoxy phenyl)-2-methyl propyl-3-phenoxy benzyl ether (generic name: etofenprox), (10) 2-methyl biphenyl-3-yl methyl=(Z)-(1RS, 3RS)-3-(2-chloro-3,3,3-trifluoroprop-1-enyl)-2,2-dimethyl cyclopropane carboxylate (generic name: biphenrin).

[0017]

#### Bactericides

(1) 2,4'-dichloro- $\alpha$ -(pyrimidine-5-yl) benzhydryl=alcohol (generic name: phenalimol), (2) 8-hydroxy quinoline copper (generic name: oxine copper), (3) 5-methyl-1,2,4-triazolo[3,4-b]benzothiazole (generic name: tricyclazole), (4) 3-(3,5-dichlorophenyl)-N-isopropyl-2,4-dioximidazolidine-1-carboxamide (generic name: iprodione), (5) N-trichloromethyl thiotetrahydrophthalimide (generic name: captan), (6) 2,6-dichloro-4-nitroaniline (generic name: CNA), (7)  $\alpha,\alpha$ -trifluoro-3'-isopropoxy-O-toluanilide (generic name: flutolanil).

[0018]

Depending on the specific purpose, one or two or more types of agrochemical active ingredients are used. The content of the agrochemical ingredient with respect to the granulated water dispersible powder of the present invention should be in the range of 1-90 wt%, or preferably in the range of 10-80 wt%. As needed, the granulated water dispersible powder of the present invention may also contain a filler made of mineral substance powder, such as diatomaceous earth, talc, clay, bentonite, calcium carbonate, etc. These fillers may be used either alone or as a mixture of two or more types. Also, as needed, other auxiliary agents may be added, such as a binder, crushing assisting agent (such as white carbon, diatomaceous earth, fatty acid, phosphate, etc.), absorbent, decomposition inhibitor, coloring agent, defoaming agent, etc.

[0019]

The granulated water dispersible powder of the present invention is manufactured using the following methods. As the first manufacturing method, agrochemical active ingredient (1), ingredients (2), (3) of the present invention, as well as a surfactant, filler, and other auxiliary agents are added and are homogeneously blended, followed by pulverization to fine powder. Fine pulverization may be carried out by means of impact-type crushing machine, ball mill, jet-o-mizer, or other dry-type pulverizer. Then, as needed, appropriate quantities of ingredients (2), (3), a surfactant, filler, and other auxiliary agents are added and blended, followed by adding an appropriate quantity of water for blending. Then, a pelletizer is used to form pellets, which are then dried to obtain the target product. Here, pelletizing can be carried out by means of an extrusion type pelletizer, a pressing type pelletizer, a fluidized bed type pelletizer, an agitation type pelletizer, a rotating type pelletizer, or other pelletizer.

[0020]

As the second manufacturing method, in an appropriate quantity of water, agrochemical active ingredient (1), ingredients (2), (3) of the present invention, as well as a surfactant, filler, and other auxiliary agents as needed are added, and fine pulverization is carried out with a wet type pulverizer. Here, fine pulverizer may be carried out by means of a ball mill, a sand grinder or other wet type pulverizer. Then, in the obtained water-base suspension, the following ingredients are added as needed: ingredients (2), (3) of the present invention, a surfactant, filler, and other auxiliary agents in appropriate quantities are added and blended, and the blend is spray dried with a spray drier to form the target product of the present invention.

[0021]

As the third manufacturing method, in an appropriate quantity of water, agrochemical active ingredient (1), ingredients (2), (3) of the present invention, as well as a surfactant, filler, and other auxiliary agents as needed are added, and fine pulverization is carried out with a wet type pulverizer. Here, fine pulverizer may be carried out by means of a ball mill, a sand grinder or other wet type pulverizer. Then, in the obtained water-base suspension, the following ingredients are added as needed: ingredients (2), (3) of the present invention, a surfactant, filler, and other auxiliary agents in appropriate quantities are added and blended to form a paste. Then, a pelletizer is used to form pellets that are then dried to form the target product. Here, pelletizing may be carried out by means of an extrusion type pelletizer, a pressing type pelletizer, a fluidized bed type pelletizer, an agitation type pelletizer, a rotating type pelletizer, or other pelletizer.

[0022]

There is no specific restriction on the grain size of the granulated water dispersible powder of the present invention. Usually, however, it is preferably in the range of 0.1-2 mm.

[0023]

#### **Application Examples**

In the following, the present invention will be explained in more detail with reference to application examples. However, the present invention is not limited to the application examples. In the application examples, parts refer to parts by weight.

#### ***Application Example 1***

97 parts of pyridaben (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kogyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 10 parts of a mixture of the potassium salt of the copolymer of maleic acid and diisobutylene and polyoxyethylene styryl phenyl ether, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), and 17.5 parts of sodium hydrogen carbonate were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 30 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with



a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0024]

**Application Example 2**

97 parts of pyridaben (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 7 parts of copolymer of maleic acid and diisobutylene, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560 SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10.0 parts of sodium carbonate, and 10.5 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 30 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0025]

**Application Example 3**

6 parts of methyl 5-[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-3-chloro-1-methyl-1-H-pyrazol-4-carboxylate, 91 parts of chlormetoxinyl (generic name), and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 6 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 2 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560 SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10.0 parts of sodium salt of lignin sulfonic acid, 10 parts of ammonium sulfate, and 10 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0026]

**Application Example 4**

97 parts of pyridaben (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 7 parts of a copolymer of maleic acid and diisobutylene, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10.0 parts of anhydrous sodium sulfate, and 10.5 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 30 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0027]

**Application Example 5**

97 parts of quizalofop ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 75 parts of the fine pulverized product, 7 parts of a copolymer of maleic acid and diisobutylene, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10 parts of potassium chloride, and 5.5 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 30 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0028]

**Application Example 6**

97 parts of methyl 5-[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-3-chloro-1-methyl-1-H-pyrazol-4-carboxylate and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 6 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 2 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 2 parts of sodium salt of lignin sulfonic acid, 10 parts of ammonium nitrate, and 10 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0029]

**Application Example 7**

97 parts of pyridaben (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 7 parts of a copolymer of maleic acid and diisobutylene, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newcol 560SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10.0 parts of sodium benzoate, and 10.5 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 30 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0030]

**Application Example 8**

97 parts of pyrazosulfuron ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 6 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 2 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 2 parts of sodium lignin sulfonate, 10 parts of sodium carbonate, and 10 parts of clay were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0031]

**Application Example 9**

97 parts of methyl 5-[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-3-chloro-1-methyl-1-H-pyrazol-4-carboxylate and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 7 parts of sodium salt of lignin sulfonic acid, 3 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 10 parts of sodium hydrogen carbonate, and 10 parts of talc were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 20 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0032]

**Application Example 10**

97 parts of quizalofop ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 20 parts of the fine pulverized product, 7 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 3 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 10 parts of ammonium sulfate, and 60 parts of clay were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0033]

**Application Example 11**

97 parts of pyrazosulfuron ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 parts of the fine pulverized product, 6 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 2 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 2 parts of sodium lignin sulfonate, 10 parts of anhydrous sodium sulfate, and 10 parts of clay were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0034]

**Application Example 12**

22 parts of methyl 5-[[[[(4,6-dimethoxy-2-pyrimidinyl)amino]carbonyl]amino]sulfonyl]-3-chloro-1-methyl-1-H-pyrazol-4-carboxylate, 75 parts of trifluralin (generic name), and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 60 parts of the fine pulverized product, 15 parts of sodium salt of lignin sulfonic acid, 5 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), and 20 parts of potassium chloride were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0035]

**Application Example 13**

97 parts of pyrazosulfuron ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer (product of Seishin Kigyo K.K.). 70 of the fine pulverized product, 6 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 2 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 2 parts of sodium lignin sulfonate, 10 parts of ammonium nitrate, and 10 parts of clay were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0036]

**Application Example 14**

97 parts of quizalofop ethyl (generic name) and 3 parts of white carbon were fine pulverized with a jet-o-mizer [transliteration] (product of Seishin Kigyo K.K.). 75 of the fine pulverized product, 7 parts of sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, 3 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate with the name of Supragil WP (product of Rhone-Poulenc Inc.), 10 parts of sodium benzoate, and 5 parts of clay were blended by means of a mixer, followed by adding and blending with 15 parts of water. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0037]

#### ***Application Example 15***

55 parts of Pyridaben (generic name), 2 parts of a mixture of a copolymer of maleic acid and diisobutylene and polyoxyethylene styryl phenyl ether, and 43 parts of water were blended in a homo-mixer, followed by pulverizing for 90 min by means of a sand grinder (product of Imex Co., Ltd.), forming a pulverized slurry. 74.9 parts of the pulverized slurry, 13.5 parts of a mixture of the potassium salt of a copolymer of maleic acid and diisobutylene and polyoxyethylene styryl phenyl ether, 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate with the name of Newocol 560 SF (product of Nippon Nyukasai K.K.), 10 parts of sodium hydrogen carbonate, and 31.3 parts of clay were blended by means of a mixer. Then, an extrusion type pelletizer having a screen with diameter of 0.5 mm installed on it was used for pelletizing. After the pellets were dried at 50°C, they were sieved with a 20-50-mesh sieve to form a uniform size of the pellets. As a result, the granulated water dispersible powder of the present invention was obtained.

[0038]

#### ***Comparative Example 1***

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 1, except that instead of 17.5 parts of sodium hydrogen carbonate used in Application Example 1, 17.5 parts of talc were used.

#### ***Comparative Example 2***

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 9, except that instead of 10 parts of sodium hydrogen carbonate and 10 parts of talc used in Application Example 9, 20 parts of talc were used.

[0039]

#### ***Comparative Example 3***

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 2, except that instead of 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate and 10.5 parts of talc used in Application Example 2, 13 parts of talc were used.

#### **Comparative Example 4**

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 5, except that instead of 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate and 5.5 parts used in Application Example 5, 8 parts of clay were used.

[0040]

#### **Comparative Example 5**

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 7, except that instead of 2.5 parts of polyoxyethylene alkyl phenyl ether ammonium sulfate and 10.5 parts of talc used in Application Example 7, 13 parts of talc were used.

#### **Comparative Example 6**

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 11, except that instead of 2 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate and 10 parts of clay used in Application Example 11, 12 parts of clay were used.

#### **Comparative example 7**

Granulated water dispersible powder was prepared in the same way as in Application Example 13, except that instead of 2 parts of sodium alkyl naphthalene sulfonate and 10 parts of clay used in Application Example 13, 12 parts of clay were used.

[0041]

#### **Test Example 1**

About 10 g of each of the samples prepared in the application examples and comparative examples were sealed in an aluminum bag, and were stored at 50°C for 1 month. For the sample right after manufacturing and the sample stored as mentioned previously, the following listed methods were adopted to carry out the in-water disintegration property test and dispersion stability test.

(In-water disintegration property test)

1.0 g of the sample was accurately measured. The measured sample was loaded in a 250-mL measuring cylinder with a cork applied on it and having 250 mL of #3 hard water loaded in it arranged in a water vessel controlled at 20°C. After setting at still for 20 sec, the measuring cylinder was inverted at a rate of one cycle of inversion in 2 sec, and the number of inversion of the measuring cylinder until the sample was fully disintegrated is taken as the in-water disintegration property. Here, the maximum number of rounds of inversion of the measuring cylinder was set at 20. The smaller the number of inversion cycles, the better the disintegration property in water. The results are listed in Table 1.

[0042]

(Dispersion stability test)

1.0 g of the sample was accurately measured. The measured sample was loaded in a 250-mL measuring cylinder with a cork applied on it and having 250 mL of #3 hard water loaded in it arranged in a water vessel controlled at 20°C. After setting at still for 20 sec, the measuring cylinder was inverted at a rate of one cycle of inversion in 2 sec for 20 rounds. Then, the cylinder was set at still in the water vessel controlled at 20°C. After 15 min, a 25-mL hole pipette was set in the liquid. Its tip was kept at the center of the liquid, and 25 mL of the test liquid were collected quietly. The content of the effective ingredient in the test liquid was determined by means of liquid chromatography, and the suspension rate was determined using the following formula.

[0043]

Suspension rate (%) =  $\left[ \{B \times 10\} / A \right] \times 100$

A: Weight of the effective ingredient in the initial sample

B: Weight of the effective ingredient in the collected test liquid

The larger the value of the suspension rate, the higher the dispersion stability. The results are listed in Table 2.

[0044]

[Table 1]

	In-water disintegration property (number of rounds)			
	Ingredient (2)	Ingredient (3)	Right after manufacturing	50°C x 1 month later
Application Example 1	O	O	6	8
Application Example 2	O	O	7	8
Application Example 3	O	O	8	9
Application Example 4	O	O	7	9
Application Example 5	O	O	9	10
Application Example 6	O	O	7	8
Application Example 7	O	O	6	8
Application Example 8	O	O	5	5
Application Example 9	O	O	4	5
Application Example 10	O	O	7	7
Application Example 11	O	O	5	6
Application Example 12	O	O	4	6
Application Example 13	O	O	5	6
Application Example 14	O	O	8	9
Application Example 15	O	O	9	10
Comparative Example 1	X	O	20 or more	20 or more
Comparative Example 2	X	O	20 or more	20 or more
Comparative Example 3	O	X	20 or more	20 or more
Comparative Example 4	O	X	20 or more	20 or more
Comparative Example 5	O	X	20 or more	20 or more
Comparative Example 6	O	X	15	20 or more
Comparative Example 7	O	X	17	20 or more

In Table 1, symbols (O, X) stand for the presence (O) and the absence (X) of the ingredient of the present invention.

[0045]

[Table 2]

Table 2.

	Ingredient (2)	Ingredient (3)	Suspension rate (%)	
			Right after manufacturing	50°C x 1 month later
Application Example 1	O	O	95	90
Application Example 2	O	O	96	96
Application Example 3	O	O	91	85
Application Example 4	O	O	93	91
Application Example 5	O	O	92	87
Application Example 6	O	O	94	89
Application Example 7	O	O	94	85
Application Example 8	O	O	96	90
Application Example 9	O	O	97	94
Application Example 10	O	O	95	92
Application Example 11	O	O	96	91
Application Example 12	O	O	96	94
Application Example 13	O	O	94	90
Application Example 14	O	O	92	86
Application Example 15	O	O	94	85
Comparative Example 1	X	O	54	47
Comparative Example 2	X	O	73	63
Comparative Example 3	O	X	42	30
Comparative Example 4	O	X	55	46
Comparative Example 5	O	X	58	42
Comparative Example 6	O	X	93	39
Comparative Example 7	O	X	90	62

In Table 2, symbols (O, X) stand for the presence (O) and the absence (X) of the ingredient of the present invention.

[0046]

### Effects of the invention

The agrochemical composition of the present invention can realize excellent disintegration property and dispersibility in water irrelevant to the type of the agrochemical active ingredient, no degradation in the disintegration property and dispersibility in water when spraying over the shelf time, and excellent disintegration property and dispersibility in water at this time irrelevant to the content of the agrochemical active ingredient.



特開平6-219903

(43)公開日 平成6年(1994)8月9日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 0 1 N 25/14		9159-4H		
25/30		9159-4H		

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平5-9490	(71)出願人	000003986 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1
(22)出願日	平成5年(1993)1月22日	(72)発明者	諏訪 典広 千葉県船橋市坪井町722番地1日産化学工業株式会社中央研究所内
		(72)発明者	小甲 利幸 千葉県船橋市坪井町722番地1日産化学工業株式会社中央研究所内
		(72)発明者	葛西 豊 千葉県船橋市坪井町722番地1日産化学工業株式会社中央研究所内

(54)【発明の名称】 農業用粒状水和剤組成物

(57)【要約】

【構成】下記成分(1)、(2)および(3)を含有することを特徴とする農業用粒状水和剤組成物。

(1) 農業活性成分の1種または2種以上

(2) 水溶性の無機酸塩もしくは水溶性の有機酸塩またはそれらの混合物

(3) アルキルナフタレンスルホン酸塩もしくはポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩またはそれらの混合物

【効果】本発明の農業組成物は、農業活性成分の種類にかかわらず良好な水中での崩壊性と分散性が得られ、また保存貯蔵中に時間の経過にかかわらず散布時における水中での崩壊性と分散性が劣化せず、さらに農業活性成分の含有量にかかわらず常に良好な水中での崩壊性と分散性が得られるものである。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記成分（1）、（2）および（3）を含有することを特徴とする農薬用粒状水和剤組成物。

（1）農薬活性成分の1種または2種以上

（2）水溶性の無機酸塩もしくは水溶性の有機酸塩またはそれらの混合物

（3）アルキルナフタレンスルホン酸塩もしくはポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩またはそれらの混合物

【請求項2】 水溶性の無機酸塩が炭酸、塩酸、硝酸もしくは硫酸のアルカリ金属塩またはそれらのアンモニウム塩である請求項1記載の農薬用粒状水和剤組成物。

【請求項3】 水溶性の有機酸塩が芳香族カルボン酸のアルカリ金属塩である請求項1記載の農薬用粒状水和剤組成物。

【請求項4】 水溶性の無機酸塩もしくは水溶性の有機酸塩またはその混合物の含有量が3～30重量%である請求項1記載の農薬用粒状水和剤組成物。

【請求項5】 アルキルナフタレンスルホン酸塩もしくはポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩またはそれらの混合物の含有量が0.5～10重量%である請求項4記載の農薬用粒状水和剤組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、散布時における水中での崩壊性と分散性に優れた農薬用粒状水和剤組成物に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】上記の農薬用粒状水和剤組成物は、一般に水で希釈して散布する製剤である。従来の農薬製剤のなかで、水で希釈して散布する他の製剤としては、乳剤、水和剤およびフロアブル剤等がある。乳剤は担体として有機溶剤を用いているため、毒性、刺激性、引火性および臭気等の問題がある。一方、水和剤は微粉状の製剤であるため、計量が不便であり、散布液調整時の粉立ちが問題となる。フロアブル剤は懸濁状の製剤にすることにより、水和剤の計量の不便さや粉立ちの問題を解消した製剤であるが、粘潤な液状製剤であるため容器から取り出しにくく、少量の製剤が容器に残るため容器の廃棄に困る場合がある。

【0003】そこで、上記各製剤の欠点を解消するために水和剤を粒状化する試みが近年なされている。水和剤を粒状化することにより、水和剤の粉立ちと計量の困難さが改良される。また、フロアブル剤の粘度の高さに起因する取扱にくさの問題もない。上記のような粒状化した水和剤（前記の農薬用粒状水和剤組成物；以下、単に粒状水和剤と称する）は、水で希釈して散布液を調整する際に、最小限の撹拌によって速やかに崩壊して微粒子となり、その微粒子が安定に分散することが重要である。何故なら、崩壊性が悪いと未崩壊粒子が散布機のノ

ズルを詰らせる原因となり、分散性が悪いと粒子が凝集沈降して散布液中の活性成分が不均一になり、安定した防除効果が期待できないからである。

【0004】粒状水和剤を製造する技術については、これまでに種々提案されている。例えば、でん粉と水溶性無機塩を配合する方法（特公昭53-12577号公報）、サルフェート系アニオン界面活性剤と非イオン界面活性剤とを組合せて配合する方法（特公昭62-63482号公報）、糖蜜、ナフタレンスルホン酸系界面活性剤およびリン酸アルカリ金属塩を配合する方法（特公昭63-38004号公報）、分子量5,000～20,000のポリカルボン酸系界面活性剤を配合する方法（特開昭62-36302号公報）、不飽和カルボン酸の重合体、スチレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物塩またはリン酸アルカリ金属塩の1種又は2種以上を配合する方法（特開昭61-236701号公報、特開昭62-212303号公報）等がある。

##### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような従来技術による粒状水和剤は、農薬活性成分の種類によっては良好な水中での崩壊性と分散性が得られず、また保存貯蔵中に時間の経過とともに散布時における水中での崩壊性と分散性が劣化し、必ずしも実用的ではなかった。さらに、農薬活性成分の含有量が高くなるに従い、水中での崩壊性と分散性が低下するという欠点も有していた。

##### 【0006】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者は前記の課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、農薬活性成分の種類にかかわらず良好な水中での崩壊性と分散性が得られ、また保存貯蔵中に時間の経過にかかわらず散布時における水中での崩壊性と分散性が劣化せず、さらに農薬活性成分の含有量にかかわらず常に良好な水中での崩壊性と分散性が得られる方法を見出し、本発明を完成した。

【0007】即ち本発明は、下記成分（1）、（2）および（3）を必須成分として含有することを特徴とする農薬用粒状水和剤組成物である。

（1）農薬活性成分の1種または2種以上

（2）水溶性の無機酸塩もしくは水溶性の有機酸塩またはその混合物

（3）アルキルナフタレンスルホン酸塩もしくはポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩またはその混合物

【0008】本発明で用いる成分（2）の水溶性の無機酸塩としては、例えば炭酸、塩酸、硝酸もしくは硫酸のアルカリ金属塩またはそれらのアンモニウム塩が挙げられ、具体的には炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、硫酸アンモニウム、無水硫酸ナトリウム、塩化カルウムまたは硝酸アンモニウム等が挙げられる。本発明で用い

る成分(2)の水溶性の有機酸塩としては、例えば芳香族カルボン酸のアルカリ金属塩が挙げられ、具体的には安息香酸ナトリウムまたは安息香酸カリウム等が挙げられる。

【0009】成分(2)の含有量は、本発明の粒状水和剤に対して3〜30重量%であることが望ましく、さらに好ましくは5〜20重量%である。3重量%以下の添加量では水中での崩壊性と分散性が不十分であり、また30重量%以上添加すると水中での崩壊性と分散性が低下する。

【0010】本発明で用いる成分(3)のアルキルナフタレンスルホン酸塩またはポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩は、その塩としてアルカリ金属塩、アンモニウム塩およびアミン塩が好ましい。アルキルナフタレンスルホン酸塩の具体例としては、スプラグリン WP (SUPRAGIL WP)：ローズブーラン社 (RHONE-POULENC INDUSTRIES) 製、アエロゾル AS (Aerosol AS)：アメリカンナフタナド社 (American Cyanamid Co.) 製、ニューカルゲン BX-C：竹本油脂株式会社製またはベレックス NB-L：花王株式会社製等が挙げられる。ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩の具体例としては、ニューカルゲン NX-300：竹本油脂株式会社製、エマール NC-35：花王株式会社製、ソルボール 5039：東邦化学工業株式会社製、ニコール S NP-4 T (NIKKOL S NP-4 T)：日光ケミカル株式会社製またはニューコール 560 SF (Newcol 560 SF)：日本乳化剤株式会社製等が挙げられる。

【0011】成分(3)の含有量は、本発明の粒状水和剤に対して0.5〜10重量%であることが望ましく、さらに好ましくは1〜5重量%である。0.5重量%以下の添加量では保存貯蔵中に時間の経過とともに、散布時における水中での崩壊性と分散性が劣化し、また10重量%以上添加すると水中での崩壊性と分散性が低下する。

【0012】本発明の粒状水和剤には、必要に応じてその他の界面活性剤を含有してもよい。その他の界面活性剤としては、一般に湿潤剤、分散剤として農業製剤に用いられているものが挙げられる。アニオン性界面活性剤としては、ポリカルボン酸塩、硫酸エステル塩またはスルホン酸塩のアニオン性界面活性剤が挙げられる。具体的に列挙すれば下記のとおりである。各種のポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、アルキルナフタレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物、リグニンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ジオクチルスルホンコハク酸塩、ラウリル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩またはポリオキシエチレンスチルフェニルエーテ

ル硫酸エステル塩等が挙げられ、その塩としてアルカリ金属塩、アンモニウム塩またはアミン塩等が挙げられる。また、ノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステルまたはポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステル等が挙げられる。これらの界面活性剤は、単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよく、その選択や配合比は使用する農業活性成分の性質に適合するように決定することが必要である。

【0013】本発明に用いる成分(1)の農業活性成分としては、除草剤、殺虫剤、殺ダニ剤、および殺菌剤であり、特に限定されるものではないが以下にその代表例を挙げる。

除草剤

(1) エチル 5- (4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イルカルバモイルスルファモイル)-1-メチルピラゾール-4-カルボキシレート (一般名：ピラソールフロエチル)、(2) メチル 5- [ [ [ (4, 6-ジメトキシ-2-ピリミジン) アミノ] カルボニル] アミノ] スルホニル ]-3-クロロ-1-メチル-1-H-ピラゾール-4-カルボキシレート、(3) メチル α- (4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イルカルバモイルスルファモイル)-O-トルアート (一般名：ペンソルフロメチル)、(4) 1- (4, 6-ジメトキシ-1, 3, 5-トリアジン-2-イル)-3- [2- (2-メトキシエトキシ) フェニルスルホニル] ウレア (一般名：シノスルフロ)、(5) N- (2-クロロイミダゾ [1, 2-a] ピリジン-3-イルスルホニル)-N' - (4, 6-ジメトキシ-2-ピリミジン) ウレア (一般名：イマソスルフロ)、(6) エチル = (RS) -2- (4- (6-クロロキノキシリン-2-イルオキシ) フェノキシ) プロピオナート (一般名：キザロホップエチル)、(7) 2-クロロ-2', 6'-ジエチル-N- (2-プロポキシエチル) アセトアニリド (一般名：プレチラクロール)、(8) アンモニウム=DL-ホモアラニン-4-イル (メチル) ホスフィナート (一般名：グルホシネート)、(9) 5-タ-シャリ-ブチル-3- (2, 4-ジクロロ-5-イソプロポキシフェニル)-1, 3, 4-オキサジピリン-2-オン (一般名：オキサジアゾン)、(10) メチル-N- (3, 4-ジクロロフェニル) カルバメート (一般名：MCC)、

【0014】(11) 3-イソプロピル-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン- (4) -2, 2-ジオキシド (一般名：ペンタゾン)、(12) 2, 4-ジクロロフェノキシ酢酸 (一般名：2, 4-D)、(13) 2-メチル-4-クロロフェノキシ酢酸 (一般名：MCP)、(14) 2-メチルチオ-4, 6-ビス (イソプロピル

アミノ) -s-トリアジン (一般名: プロメトリン)、  
 (15) 2-メチルチオ-4-エチルアミノ-6-イソ  
 プロピルアミノ-s-トリアジン (一般名: アメトリ  
 ン)、(16) 2-クロロ-4, 6-ビス (エチルアミ  
 ノ) -s-トリアジン (一般名: シマジン)、(17)  
 2-クロロ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミ  
 ノ-s-トリアジン (一般名: フトラジン)、(18)  
 2-ベンゾチアゾール-2-イルオキシ-N-メチルア  
 セトアニリド (一般名: メフェナセト)、(19) 2-  
 メチルチオ-4-エチルアミノ-6- (1, 2-ジメ  
 チルプロピルアミノ) -s-トリアジン (一般名: ジメ  
 タメトリン)、(20) 5-ジプロピルアミノ- $\alpha$ ,  
 $\alpha$ ,  $\alpha$ -トリフルオロ-4, 6-ジニトロ- $\alpha$ -トリ  
 アジン (一般名: プロジアミン)、

【0015】(21)  $\alpha$ ,  $\alpha$ ,  $\alpha$ -トリフルオール-2,  
 6-ジニトロ-N, N-ジプロピルパラ-トリ  
 アジン (一般名: トリフルラジン)、(22) 4-ジ  
 クロロフェニル-3'-メトキシ-4'-ニトロフェニルエ  
 ーテル (一般名: クロメキシニル)、(23) 5-  
 (2, 4-ジクロロフェノキシ)-2-ニトロ安息香  
 メチル (一般名: ビフェノックス)。

#### 【0016】殺虫剤

(1) 2-ターシャリブチル-5-(4-ターシャリ  
 ブチルペンジルチオ)-4-クロロピリダジン-3  
 (2H)-オン (一般名: ピリダゲン)、(2) 1-ナ  
 フチル-N-メチルカーバメート (一般名: NAC)、  
 (3) 3, 7, 9, 13-テトラメチル-5, 11-ジ  
 オキサ-2, 8, 14-トリチア-4, 7, 9, 12-  
 テトラアザペンタデカ-3, 12-ジエン-6, 10-  
 ジオン (一般名: チオジカルブ)、(4) 3-メチル  
 1, 5-ビス (2, 4-キシニル)-1, 3, 5-トリ  
 アザベンター-1, 4-ジエン (一般名: アミトラズ)、  
 (5) 3, 6-ビス (2-クロロフェニル)-1, 2, 4,  
 5-テトラジン (一般名: クロフェンテジン)、  
 (6) ヘキサキス ( $\beta$ ,  $\beta$ -ジメチルフェネチル) ジス  
 タンノキサン (一般名: 酸化フェンブタズ)、(7)  
 4, 4'-ジプロムベンジル酸イソプロピル (一般名:  
 フェニプロモレート)、(8) 1-(6-クロロ-3-  
 ビリジメチル)-N-ニトロ (イミダゾリジン-2-  
 イリデン) アミン (一般名: イミダグロブライド)、  
 (9) 2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロ  
 ピル-3-フェノキシベンジルエーテル (一般名: エト  
 フェンブロックス)、(10) 2-メチルビフェニル  
 3-イルメチル= $\alpha$  (Z) -(1RS, 3RS)-3-  
 (2-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロパ-1-  
 エニル)-2, 2-ジメチルシロプロパンカルボキシ  
 ラート (一般名: ビフェントリン)。

#### 【0017】殺菌剤

(1) 2, 4'-ジクロロ- $\alpha$ - (ピリミジン-5-イ  
 ル) ベンズヒドリル=アルコール (一般名: フェナリモ

ル)、(2) 8-ヒドロキシキノリン銅 (一般名: オキ  
 シン銅)、(3) 5-メチル-1, 2, 4-トリアゾ  
 ロ [3, 4-b]ベンゾチアゾール (一般名: トリシク  
 ザール)、(4) 3-(3, 5-ジクロロフェニル)-  
 N-イソプロピル-2, 4-ジオキシイミダゾリジン-  
 1-カルボキサミド (一般名: イプロジオン)、(5)  
 N-トリクロロメチルチオテトラヒドロフタルミド  
 (一般名: キャプタン)、(6) 2, 6-ジクロロ-4-  
 ニトロアニリン (一般名: CNA)、(7)  $\alpha$ ,  $\alpha$ ,  
 $\alpha$ -トリフルオロ-3'-イソプロポキシ-O-トリ  
 アニリド (一般名: フトラニル)。

【0018】目的によって、農業活性成分は単一でも2  
 種以上組合せても用いることができる。本発明の粒状水  
 和剤に対して、農業活性成分の含有量は1~90重量%  
 が望ましく、さらに好ましくは10~80重量%であ  
 る。本発明の粒状水和水剤には、必要に応じて増量剤と  
 して鉱物質粉末であるケイソウ土、タルク、クレ-、ベン  
 トナイトまたは炭酸カルシウム等を含有してもよい。こ  
 れら増量剤は単独で用いてもよい、2種以上を混合し  
 て用いてもよい。また、必要に応じてその他の補助剤と  
 して、結合剤、粉砕助剤 (例えばホウトクサ-、ケ  
 イソウ土、脂肪酸、リン酸エステル等)、吸収剤、分解  
 防止剤、着色剤または消泡剤等を添加してもよい。

【0019】本発明の粒状水和水剤は以下の方法により製  
 造される。即ち、第1の製造法としては、農業活性成分  
 (1)、本発明の成分 (2)、成分 (3)、必要に応じ  
 て界面活性剤、増量剤、その他の補助剤を加え、均一に  
 混合した後、微粉砕する。微粉砕は衝撃式粉砕機、ボー  
 ルミル、ジェットオーマイザ-等の乾式粉砕機により行  
 うことができる。次いで得られた微粉末に更に必要に  
 応じて、本発明の成分 (2)、成分 (3)、界面活性  
 剤、増量剤、その他の補助剤を適量加えて混合し、適量  
 の水を加え混練したのち、造粒機を用いて造粒し、乾燥  
 して目的物を得る。造粒は押出し式造粒機、加圧式造粒  
 機、流動層造粒機、攪拌造粒機または転動造粒機等の造  
 粒機により行うことができる。

【0020】また、第2の製造法としては、適量の水  
 に、農業活性成分 (1)、本発明の成分 (2)、成分  
 (3)、必要に応じて界面活性剤、増量剤、その他の補  
 助剤を加え、湿式粉砕機で微粉砕する。微粉砕は、ボー  
 ルミルまたはサンドグラインダー等の湿式粉砕機によ  
 り、行うことができる。次いで得られた水性懸濁液  
 に、更に必要に応じて、本発明の成分 (2)、成分  
 (3)、界面活性剤、増量剤、その他の補助剤を適量加  
 えて混合し、これを噴霧乾燥機で噴霧乾燥して目的物  
 を得ることができる。

【0021】そして第3の製造法としては、適量の水  
 に、農業活性成分 (1)、本発明の成分 (2)、成分  
 (3)、必要に応じて界面活性剤、増量剤、その他の補  
 助剤を加え、湿式粉砕機で微粉砕する。微粉砕は、ボー

ルミルまたはサンドグラインダー等の湿式粉碎機により、行うことができる。次いで得られた水性懸濁液に増量剤を加え、更に必要に応じて、本発明の成分(2)、成分(3)、界面活性剤、その他の補助剤を適量加えて混合、混練してペースト状にした後、造粒機を用いて造粒し、乾燥して目的物を得る。造粒は押出し式造粒機、加圧式造粒機、流動層造粒機、攪拌造粒機または転動造粒機等の造粒機により行うことができる。

【0022】本発明の粒状水和剤の粒径は特に限定されるものではないが、通常0.1〜2mm程度が望ましい。

#### 【0023】

【実施例】次に本発明の実施例を具体的に挙げて説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、部とあるのはすべて重量部を示す。

##### 実施例1

ビリダベン（一般名）97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、マレイン酸とジソブチレンの共重合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2.5部、炭酸水素ナトリウム17.5部を混合機を用いて混合した後、水30部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0024】実施例2

ビリダベン（一般名）97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、マレイン酸とジソブチレンの共重合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2.5部、炭酸ナトリウム10.0部、タルク10.5部を混合機を用いて混合した後、水30部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0025】実施例3

メチル 5- [[ [ (4, 6-ジメトキシ-2-ビリミジン) アミノ] カルボニル] アミノ] スルホニル] -3-クロロ-1-メチル-1-H-ピラゾール-4-カルボキシレート6部、クロメトキシニル（一般名）91部、ホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩6部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール560SF（日本

乳化剤株式会社製）2部、リグニンスルホン酸のナトリウム塩2部、硫酸アンモニウム10部、タルク10部を混合機を用いて混合した後、水15部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0026】実施例4

ビリダベン（一般名）97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、マレイン酸とジソブチレンの共重合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2.5部、無水硫酸ナトリウム10.0部、タルク10.5部を混合機を用いて混合した後、水30部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0027】実施例5

キザロホップエチル（一般名）97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物75部、マレイン酸とジソブチレンの共重合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2.5部、塩化カリウム10部、クレー5.5部を混合機を用いて混合した後、水30部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0028】実施例6

メチル 5- [[ [ (4, 6-ジメトキシ-2-ビリミジン) アミノ] カルボニル] アミノ] スルホニル] -3-クロロ-1-メチル-1-H-ピラゾール-4-カルボキシレート97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩6部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2部、リグニンスルホン酸のナトリウム塩2部、硫酸アンモニウム10部、タルク10部を混合機を用いて混合した後、水15部を加えて混合し、次いで口径0.5mmのスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20〜50メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

##### 【0029】実施例7

ビリダベン（一般名）97部とホワイトカーボン3部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物70部、マレイン酸とジソブチレン

の共重合体 7 部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム；ニューコール 560SF（日本乳化剤株式会社製）2 部、安息香酸ナトリウム 10 部、タルク 10 部、5 部を混合機を用いて混合した後、水 30 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0030】実施例 8

ピラゾスルフロニエチル（一般名）97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 70 部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩 6 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）2 部、リグニンスルホン酸ナトリウム 2 部、炭酸ナトリウム 10 部、クレー 10 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0031】実施例 9

メチル 5-[[[(4,6-ジメトキシ-2-ピリミジン)アミノ]カルボニル]アミノ]スルホンル-3-クロロ-1-メチル-1-H-ピラゾール-4-カルボキシレート 97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 70 部、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 7 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）3 部、炭酸水素ナトリウム 10 部、タルク 10 部を混合機を用いて混合した後、水 20 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0032】実施例 10

キザロホップエチル（一般名）97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 20 部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩 7 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）3 部、硫酸アンモニウム 10 部、クレー 6 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0033】実施例 11

ピラゾスルフロニエチル（一般名）97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 70 部、ナフタレンスル

ホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩 6 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）2 部、リグニンスルホン酸ナトリウム 2 部、無水硫酸ナトリウム 10 部、クレー 10 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0034】実施例 12

メチル 5-[[[(4,6-ジメトキシ-2-ピリミジン)アミノ]カルボニル]アミノ]スルホンル-3-クロロ-1-メチル-1-H-ピラゾール-4-カルボキシレート 22 部、トリフルオロリン（一般名）75 部、ホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 60 部、リグニンスルホン酸のナトリウム塩 15 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）5 部、塩化カリウム 20 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0035】実施例 13

ピラゾスルフロニエチル（一般名）97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 70 部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩 6 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）2 部、リグニンスルホン酸ナトリウム 2 部、硝酸アンモニウム 10 部、クレー 10 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0036】実施例 14

キザロホップエチル（一般名）97 部とホワイトカーボン 3 部をジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉砕した。この微粉砕物 75 部、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩 7 部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム；スブラギル WP（ロームプーラン社製）3 部、安息香酸ナトリウム 10 部、クレー 5 部を混合機を用いて混合した後、水 15 部を加えて混合し、次いで口径 0.5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。50℃で乾燥後、20～50 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0037】実施例 15

ピリダベン（一般名）55 部、マレイン酸とジイソブチレンの共重合体とポリオキシエチレンスチルフェニル

エーテルの混合物 2 部、水 4 3 部をホモキサーで混合した後、サンドグラインダー（アイメックス（株）製）で 9 0 分間粉砕して、粉砕スラリーを得た。この粉砕スラリー 7 4 . 9 部、マレイン酸とジイソブチレンの共重合体のカリウム塩とポリオキシエチレンスチルフェニルエーテルの混合物 1 3 . 5 部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム：ニューコー 5 6 0 S F（日本乳化剤株式会社製）2 . 5 部、炭酸水素ナトリウム 1 0 部、クレー 3 1 . 3 部を混合機を用いて混合した後、口径 0 . 5 mm のスクリーンを装着した押出し式造粒機を用いて造粒した。5 0 ℃で乾燥後、2 0 ～ 5 0 メッシュの篩いで整粒して本発明の粒状水和剤を得た。

#### 【0 0 3 8】比較例 1

実施例 1 において、炭酸水素ナトリウム 1 7 . 5 部の代りにタルク 1 7 . 5 部を用いたこと以外は実施例 1 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 比較例 2

実施例 9 において、炭酸水素ナトリウム 1 0 部およびタルク 1 0 部の代りに、タルク 2 0 部を用いたこと以外は実施例 9 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 【0 0 3 9】比較例 3

実施例 2 において、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム 2 . 5 部およびタルク 1 0 . 5 部の代りに、タルク 1 3 部を用いたこと以外は実施例 2 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 比較例 4

実施例 5 において、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム 2 . 5 部およびクレー 5 . 5 部の代りに、クレー 8 部を用いたこと以外は実施例 5 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 【0 0 4 0】比較例 5

実施例 7 において、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム 2 . 5 部およびタルク 1 0 . 5 部の代りに、タルク 1 3 部を用いたこと以外は実施例 7 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 比較例 6

実施例 1 1 において、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 2 部およびクレー 1 0 部の代りに、クレー 1 2

部を用いたこと以外は実施例 1 1 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 比較例 7

実施例 1 3 において、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム 2 部およびクレー 1 0 部の代りに、クレー 1 2 部を用いたこと以外は実施例 1 3 と全く同様に操作して粒状水和剤を得た。

#### 【0 0 4 1】試験例 1

実施例および比較例より得られた製剤約 1 0 g をアルミ製の袋に封入し、5 0 ℃で 1 ヶ月間保存した。製造直後および上記保存サンプルについて以下に示す方法にて水中崩壊性試験と分散安定性試験を実施した。

（水中崩壊性試験）試料 1 . 0 g を正確に秤量した。秤取した試料を、2 0 ℃の恒温水槽内に設置した 3 度硬水 2 5 0 m l を入れた 2 5 0 m l 共栓付メスシリンダーに投入した。2 0 秒間静置した後、2 秒間に反転 1 回のペースで、メスシリンダーの反転を行ない、試料が完全に崩壊するまでの反転回数を水中崩壊性とした。ただし、シリンダーの反転回数は最大 2 0 回とした。反転回数が少ないほど水中崩壊性がよい。その結果は第 1 表に示す。

【0 0 4 2】（分散安定性試験）試料 1 . 0 g を正確に秤量した。秤取した試料を、2 0 ℃の恒温水槽内に設置した 3 度硬水 2 5 0 m l を入れた 2 5 0 m l 共栓付メスシリンダーに投入した。2 0 秒間静置した後、2 秒間に反転 1 回のペースで、メスシリンダーを 2 0 回反転した。次に、シリンダーを 2 0 ℃の恒温水槽に静置し、1 5 分後に 2 5 m l のホールビペットを液の中に入れ、その先端を液の中央に保ち、検液 2 5 m l を静かに取り、検液中の有効成分の含量を液体クロマトグラフィーで計り、下式より懸垂率を求めた。

#### 【0 0 4 3】

懸垂率 (%) =  $\left[ \frac{(B \times 10)}{A} \right] \times 100$

A : 最初の試料中の有効成分の重量

B : 採取した検液中の有効成分の重量

懸垂率の値が大きいか分散安定性がよい。その結果は第 2 表に示す。

#### 【0 0 4 4】

#### 【表 1】

第 1 表

成分 (2)	成分 (3)	水中崩壊性 (回)	
		製造直後	5 0 ℃×1 ヶ月
実施例 1	○	6	8
実施例 2	○	7	8
実施例 3	○	8	9
実施例 4	○	7	9
実施例 5	○	9	10
実施例 6	○	7	8

実施例 7	○	○	6	8
実施例 8	○	○	5	5
実施例 9	○	○	4	5
実施例 10	○	○	7	7
実施例 11	○	○	5	6
実施例 12	○	○	4	6
実施例 13	○	○	5	6
実施例 14	○	○	8	9
実施例 15	○	○	9	10
比較例 1	×	○	20以上	20以上
比較例 2	×	○	20以上	20以上
比較例 3	○	×	20以上	20以上
比較例 4	○	×	20以上	20以上
比較例 5	○	×	20以上	20以上
比較例 6	○	×	15	20以上
比較例 7	○	×	17	20以上

第1表中に記載された記号（○，×）は、本発明の成分の有（○）無（×）を示している。

【0045】

【表2】

第2表

			懸垂率（％）	
	成分（2）	成分（3）	製造直後	50℃×1ヶ月
実施例 1	○	○	95	90
実施例 2	○	○	96	96
実施例 3	○	○	91	85
実施例 4	○	○	93	91
実施例 5	○	○	92	87
実施例 6	○	○	94	89
実施例 7	○	○	94	85
実施例 8	○	○	96	90
実施例 9	○	○	97	94
実施例 10	○	○	95	92
実施例 11	○	○	96	91
実施例 12	○	○	96	94
実施例 13	○	○	94	90
実施例 14	○	○	92	86
実施例 15	○	○	94	85
比較例 1	×	○	54	47
比較例 2	×	○	73	63
比較例 3	○	×	42	30
比較例 4	○	×	55	46
比較例 5	○	×	58	42
比較例 6	○	×	93	39
比較例 7	○	×	90	62

第2表中に記載された記号（○，×）は、本発明の成分の有（○）無（×）を示している。

【0046】

【発明の効果】本発明の農業組成物は、農業活性成分の種類にかかわらず良好な水中での崩壊性と分散性が得られ、また保存貯蔵中に時間の経過にかかわらず散布時に



おける水中での崩壊性と分散性が劣化せず、さらに農薬  
活性成分の含有量にかかわらず常に良好な水中での崩壊  
性と分散性が得られるものである。